

JAPAN PATENT OFFICE

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

Date of Application: April 25, 2003

Application Number: 2003-122474

[ST.10/C]: [JP2003-122474]

Applicant(s): VICTOR COMPANY OF JAPAN, LIMITED

January 08, 2004

Commissioner,

Japan Patent Office

Yasuo IMAI

Number of Certificate: 2003-3109841

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 4月25日
Date of Application:

出願番号 特願2003-122474
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP2003-122474]

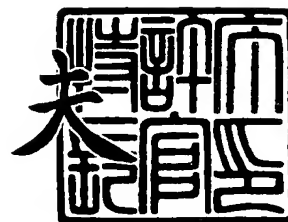
出願人 日本ビクター株式会社
Applicant(s):



2004年 1月 8日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井 康夫



出証番号 出証特2003-3109841

【書類名】 特許願

【整理番号】 415000221

【提出日】 平成15年 4月25日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H05B 33/14

【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法

【請求項の数】 1

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区守屋町 3 丁目 1 2 番地 日本ビクター株式会社内

【氏名】 中村 明史

【特許出願人】

【識別番号】 000004329

【氏名又は名称】 日本ビクター株式会社

【代理人】

【識別番号】 100083806

【弁理士】

【氏名又は名称】 三好 秀和

【電話番号】 03-3504-3075

【選任した代理人】

【識別番号】 100068342

【弁理士】

【氏名又は名称】 三好 保男

【選任した代理人】

【識別番号】 100101247

【弁理士】

【氏名又は名称】 高橋 俊一

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 001982

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9802012

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基板上に少なくとも陽極と、発光層と、陰極とを順次成膜した有機エレクトロルミネッセンス素子を製造する方法において、

前記陰極は、Cs（セシウム）を膜付けした後に低抵抗金属を成膜して、前記 Cs を前記低抵抗金属中に拡散させたことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、生産性が良く、且つ、発光効率が高い有機エレクトロルミネッセンス素子を製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

一般的に、有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、有機 EL 素子と記す）は自発光で高速応答性を有し、視野角依存性がなく、低消費電力が期待される表示素子であり、次世代ディスプレイとして期待されている。現在、車載オーディオ用表示パネルにはモノカラーを部分的に組み合わせたエリアカラー方式が実用化され、また、携帯電話用表示パネルにはエリアカラー方式や赤色（R）、緑色（G）、青色（B）をマスク蒸着法によりパターン化したフルカラー表示が実用化されている。

【0003】

上記したように RGB 3 色フルカラー表示も可能であることから、低電圧で駆動し、発光層から高輝度の発光光を生じさせて、色再現性の高い有機 EL 素子を得ようとする種々の研究が行われている。

【0004】

有機 EL 素子の典型的な構造は、例えば透明なインジウムスズ酸化物（ITO）等の陽極（透明電極）が膜付けされた透明基板上に有機材料からなる発光層

を成膜し、更に、発光層上に例えば Al 又は Ag 等の陰極（金属電極）を積層したものである。

【0005】

この際、発光層の有機材料は、蛍光性を有する共役及び非共役高分子材料から低分子材料、金属錯体さらには燐光発光性を有し非常に高発光効率で発光する重金属錯体まで幅広く使用されており、発光層の有機材料の種類により溶液からの塗布等の湿式法とか、真空蒸着等の乾式法が選択される。

【0006】

更に、有機 EL 素子は、単一の発光層よりなる単層型や、複数の異なる材料を電荷注入性、電荷輸送性、発光性、電子注入性等の機能別に積層した積層型に分けられており、発光層から出射した発光光は透明な陽極を膜付けした透明基板側又は透明な陰極側を通して取り出すことができる。

【0007】

上記のような有機 EL 素子は各種の構造形態が開発されているが、基板上に少なくとも陽極、発光層、電子注入層及び陰極を順次成膜した有機エレクトロルミネッセンス素子として、発光開始電圧を低く、且つ、発光強度を大きく設定するために、電子注入層がアルカリ金属もしくはアルカリ土類金属の有機塩又は有機金属錯体からなるものがある（例えば、特許文献 1 参照）。

【0008】

【特許文献】

特開 2000-91078 号公報（第 3 頁、第 1 図）

【0009】

図 1 は従来例 1 の有機エレクトロルミネッセンス素子を説明するために模式的に示した断面図、

図 2 は従来例 2 の有機エレクトロルミネッセンス素子を説明するために模式的に示した断面図である。

【0010】

まず、図 1 に示した従来例 1 の有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、有機 EL 素子と記す）10A は上記した特許文献 1（特開 2000-91078 号

公報) 中に開示された第 1 図と略同様な構成であり、透明なガラス基板 1 上に透明な ITO 等による陽極 (透明電極) 2 を形成し、且つ、陽極 2 上に正孔輸送層 3、発光層 4 を順に積層し、更に、発光層 4 上に陰極 5 として Ca や Mg 等の仕事関数が小さいアルカリ土類金属 5A と、Al 又は Ag 等の低抵抗金属 5B とを順に積層している。この際、Al の抵抗率は $2.66 \times 10^{-6} \Omega \text{cm}$ であり、Ag の抵抗率は $1.59 \times 10^{-6} \Omega \text{cm}$ であり、両者は他の金属に比べて抵抗率が低い金属である。

【0011】

尚、この従来例 1 において、アルカリ土類金属 5A は仕事関数が小さいために電子を発光層 4 側に注入する機能を備え、一方、低抵抗金属 5B は抵抗率が低く電流が流れ易いので発光電圧を低く設定できるものであり、アルカリ土類金属 5A と低抵抗金属 5B とを合わせて陰極 5 として機能させている。

【0012】

そして、ガラス基板 1 上に各層を成膜した後に、ガラスや SUS 材等を用いてカップ状に形成したキャップ 6 の天面 6a の内側に吸湿剤 7 を貼り付けて、このキャップ 6 で陰極 5 の上方から発光層 4、正孔輸送層 3 を覆って、キャップ 6 の底面縁を UV 硬化樹脂 8 を介して陽極 2 上又はガラス基板 1 上に固着させて、従来例 1 の有機 EL 素子 10A を作製している。

【0013】

次に、図 2 に示した従来例 2 の有機エレクトロルミネッセンス素子 (以下、有機 EL 素子と記す) 10B は上記した従来例 1 の有機 EL 素子 10A に対して陰極 5 の構造が異なるだけであり、従来例 1 に対して異なる点のみを説明すると、従来例 2 における陰極 5 は、Ca や Mg 等の仕事関数の小さいアルカリ土類金属 5A 又は Cs や Li 等の仕事関数が極めて小さいアルカリ金属 5C と、Al 又は Ag 等の低抵抗金属 5B とを共蒸着した混合物として成膜されている。そして、キャップ 6 を用いて封止することで、従来例 2 の有機 EL 素子 10B を作製している。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】

ところで、従来例 1 の有機 EL 素子 10 A と、従来例 2 の有機 EL 素子 10 B とをそれぞれ作製したところ、下記するような問題が発生した。

【0015】

即ち、従来例 1 の有機 EL 素子 10 A では、陰極 5 としてアルカリ土類金属 5 A と低抵抗金属 5 B とを順に成膜する際に、Ca や Mg 等のアルカリ土類金属 5 A は酸化し易いので、信頼性が問題となった。更に、アルカリ土類金属 5 A の仕事関数は小さいものの、発光層 4 への電子注入機能が十分に発揮できないために発光層 4 の発光効率が上がらなかった。

【0016】

一方、従来例 2 の有機 EL 素子 10 B では、陰極 5 としてアルカリ土類金属 5 A 又はアルカリ金属 5 C と、低抵抗金属 5 B とを共蒸着させているために、2 種類の金属を一定の比率保つようにコントロールしながら共蒸着させることが非常に困難で、歩留まりに悪影響を及ぼした。この際、陰極 5 として Cs や Li 等の仕事関数が極めて小さいアルカリ金属 5 C と低抵抗金属 5 B とを共蒸着させた場合に、アルカリ金属 5 C はアルカリ土類金属 5 A よりも電子注入性能が良いので発光層 4 の発光効率を従来例 1 よりも大きくできるものの、共蒸着時の欠点が解決できないために、従来例 2 の有機 EL 素子 10 B への生産性を上げることができないことが判明した。

【0017】

そこで、陰極として、仕事関数が極めて小さい Cs (セシウム) を用いても、Cs の酸化が発生せずに信頼性を確保でき、且つ、発光層の発光効率を向上できると共に、製造時の生産性を向上できる有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法が望まれている。

【0018】

【課題を解決するための手段】

本発明は上記課題に鑑みてなされたものであり、基板上に少なくとも陽極と、発光層と、陰極とを順次成膜した有機エレクトロルミネッセンス素子を製造する方法において、

前記陰極は、Cs (セシウム) を膜付けした後に低抵抗金属を成膜して、前記

C s を前記低抵抗金属中に拡散させたことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法を提供するものである。

【 0 0 1 9 】

【発明の実施の形態】

以下に本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法の一実施例を図 3 乃至図 6 を参照して詳細に説明する。

【 0 0 2 0 】

図 3 は本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法を用いて作製した有機エレクトロルミネッセンス素子を説明するために模式的に示した断面図、

図 4 は有機エレクトロルミネッセンス素子を作製する時に用いられるルツボを示した斜視図である。

【 0 0 2 1 】

図 5 は有機エレクトロルミネッセンス素子を作製する時に用いられるボートを示した斜視図、

図 6 は有機エレクトロルミネッセンス素子を作製する時に用いられる C s ディスペンサーを示した斜視図である。

【 0 0 2 2 】

尚、説明の便宜上、先に従来例 1, 2 で示した構成部材と同一構成部材に対しては同一の符号を付して適宜説明し、且つ、従来例 1, 2 と異なる構成部材に新たな符号を付して説明する。

【 0 0 2 3 】

図 3 に示した如く、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法を用いて作製した有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、有機 E L 素子と記す） 1 0 C では、透明なガラス基板 1 上に透明な I T O 等による陽極（透明電極） 2 を形成し、且つ、陽極 2 上に正孔輸送層 3, 発光層 4 を順に積層し、更に、発光層 4 上に陰極 5 として仕事関数が極めて低い C s （セシウム） 5 D を膜付けた後に A l 又は A g 等の低抵抗金属 5 B を成膜して、C s 5 D を低抵抗金属 5 B 中に拡散させたことを特徴とするものである。

【0 0 2 4】

そして、ガラス基板 1 上に各層を成膜した後に、ガラスや S U S 材等を用いてカップ状に形成したキャップ 6 の天面 6 a の内側に吸湿剤 7 を貼り付けて、このキャップ 6 で陰極 5 の上方から発光層 4，正孔輸送層 3 を覆って、キャップ 6 の底面縁を U V 硬化樹脂 8 を介して陽極 2 上又はガラス基板 1 上に固着させて、有機 E L 素子 1 0 C を作製している。

【0 0 2 5】

より具体的に説明すると、基板はガラス、プラスチック等様々な物が考えられるが、実施例では透明なガラス基板 1 上に陽極 2 として用いる透明な I T O 膜が 5 0 ~ 3 0 0 n m 程度の膜厚で予め成膜された I T O 基板を用いており、以下、ガラス基板 1 と I T O を予め膜付けした陽極 2 とを合わせて I T O 基板 1，2 と呼称する。この I T O 基板 1，2 は、フォトリソグラフィー法及びウェットエッチング法等の方法を用いて、照明用，高精細ディスプレイ用，T V 用，携帯電話用など様々な用途に応じて陽極 2 を所定の形状にパターンニングしている。

【0 0 2 6】

また、I T O 基板 1，2 上に、正孔輸送性の導電性高分子材料で、正孔輸送層 3 として最適である P E D O T / P S S を滴下し、スピコート法により 2 0 0 0 r p m で 6 0 秒間回転しながら正孔輸送層 3 を 6 0 n m 程度の膜厚で成膜する。この際、P E D O T / P S S 中の P E D O T は、ポリ (3，4 - エチレンジオキシチオフェン) であり、一方、P E D O T / P S S 中の P S S は、ポリスチレンスルホネートであり、P E D O T / P S S は両者を混合させて導電性ポリマー構造になっている。

【0 0 2 7】

そして、I T O 基板 1，2 上に正孔輸送層 3 を成膜した後、露点 - 6 0 ° C 以上という低湿度に制御した窒素雰囲気のアオープン又はホットプレート上に正孔輸送層 3 を成膜した I T O 基板 1，2 を載置し、略 2 0 0 ° C の温度で、1 0 分以上乾燥させる。その後、正孔輸送層 3 を乾燥させた I T O 基板 1，2 をアオープン又はホットプレートから取り出し、常温の冷却板 (図示せず) 上に I T O 基板 1，2 を載置するなどして常温に戻す。

【0028】

次に、PEDOT/PSSが正孔輸送層3として成膜されたITO基板1, 2上に、正孔輸送性の導電性高分子材料であるPVK（ポリビニルカルバゾール）と、電子輸送性材料OCD-7 {1, 3-ビス（4-tert-ブチルフェニル-1, 3, 4-オキサジアゾリル）} と、トリ（2フェニルピリジン）イリジウム錯体である緑色燐光性発光色素Ir（ppy）₃とをクロロホルムに0.5 wt %溶解して得た発光層4用の液を滴下し、スピンコート法により1600 rpmで60秒間回転しながら発光層4を70 nm程度の膜厚で成膜する。この際、電子輸送性材料OCD-7はPVK比略30 wt %、緑色燐光性発光色素Ir（ppy）₃はPVK比略2.5 wt %にそれぞれ設定している。

【0029】

そして、正孔輸送層3上に発光層4を成膜した後、露点-60°C以上という低湿度に制御した窒素雰囲気のアオーブン又はホットプレート上に発光層4を成膜したITO基板1, 2を載置し、略90°Cの温度で、1時間以上乾燥させる。その後、発光層4を乾燥させたITO基板1, 2をアオーブン又はホットプレートから取り出し、常温の冷却板（図示せず）上にITO基板1, 2を載置するなどして常温に戻す。

【0030】

次に、発光層4上に本発明の要部となる陰極5を抵抗加熱真空蒸着法にて成膜するために、発光層4を成膜したITO基板1, 2を不図示の真空蒸着機内の所定の位置に載置し、且つ、真空蒸着機内に安定性が高く抵抗率の低い金属として例えばAl又はAg等の低抵抗金属5Bを有する低抵抗金属蒸着源と、仕事関数が極めて低いCs（セシウム）5Dを有するCs蒸着源とをそれぞれ取り付け、真空蒸着機内の真空度を 10^{-4} Pa以上の値で真空にする。

【0031】

ここでは、低抵抗金属蒸着源として図4に示したようなルツボ11内でAl又はAg等の低抵抗金属5Bを溶融させるとか、又は、図5に示したようなボート14内でAl又はAg等の低抵抗金属5Bを溶融させている。この際、低抵抗金属蒸着源用として図4に示したようなルツボ11を適用する場合には、ルツボ1

1の外周にW又はMo等のワイヤ12を巻き付けて、このワイヤ12の両端に導電性のクランプ12を介して電流を印加してルツボ11を加熱することで、ルツボ11の円形状凹部11a内でAl又はAg等の低抵抗金属5Bを溶融している。一方、低抵抗金属蒸着源用として図5に示したようなボート14を適用する場合には、ボート14の両端に導電性のクランプ15を介して電流を印加してボート14を加熱することで、ボート14の矩形状凹部11a内でAl又はAg等の低抵抗金属5Bを溶融している。

【0032】

また、Cs5Dは反応性が極めて高く、大気に触れるとすぐに酸化してしまうので、Cs蒸着源用として図6に示すように、大気中でも取り扱いが可能なサエスゲッターズ社のCsディスペンサー（Cs用：型番5G0040等がある）16を適用するのが好適である。そして、Csディスペンサー16の両端に導電性のクランプ17を介して電流を印加してCsディスペンサー16を加熱することで、Csディスペンサー16内にCs5Dが塩として安定化された形で含有されたCs化合物を溶融して、Cs5D以外を不図示のゲッター材に還元させて、Csディスペンサー16の上部に細長い幅で形成したスリット16aからCs5Dのみを蒸発させている。

【0033】

ここで、図3に戻り、抵抗加熱真空蒸着法により発光層4上に本発明の要部となる陰極5を成膜するにあたって、まず先に発光層4上にCs5Dを成膜する。Cs5DはCsディスペンサー16を通電した後、不図示の膜厚センサでモニタリングしている成膜レートが $0.05\text{ nm/sec} \sim 0.1\text{ nm/sec}$ の範囲で10nm程度の膜厚で成膜する。その後、真空蒸着機内の真空度を 10^{-4} Pa 以上に保ったまま、Al又はAg等の低抵抗金属5Bが入ったルツボ11（図4）又はボート15（図5）を通電し、不図示の膜厚センサでモニタリングしている成膜レートが $1\text{ nm/sec} \sim 2\text{ nm/sec}$ の範囲の所定の成膜レートになった時、不図示のマスフローコントロールを介在して酸素を導入し、真空蒸着機内の真空度が 10^{-3} Pa 程度になるように酸素流量を制御する。そして、Cs5Dを成膜した後にAl又はAg等の低抵抗金属5Bへの成膜を開始する。そ

して、低抵抗金属 5 B の膜厚が 100 nm 程度に達した時点で酸素の導入及び成膜を停止し、真空蒸着機内の真空度が 10^{-4} Pa 以上になった後、更に、低抵抗金属 5 B を 100 nm 程度の膜厚で成膜することで、低抵抗金属 5 B の膜厚が合計 200 nm 程度になる。この結果、Cs 5 D は低抵抗金属 5 B 中に 50 nm 程度の深さにまで拡散し、更に、Cs 5 D が存在する領域の平均酸素量は原子比 15 % 程度になる。

【0034】

ここで、酸素量は蒸着中の酸素流量により制御することができ、Cs 5 D が存在する領域中で酸素原子が 5 % ~ 50 % 未満の範囲内で制御すると良い。この際、酸素原子が 5 % よりも少量になるにつれて発光層 4 の発光効率が悪くなり、一方、酸素原子が 50 % よりも多量になるにつれて電気抵抗が大となり発光電圧が大きくなってしまう問題が生じるために、酸素原子が 5 % ~ 50 % 未満の範囲内が良好であることが判明した。

【0035】

この後、真空蒸着機内に乾燥窒素を槽内が 1 atm になるまで流す。そして、露点 -60°C 以上の乾燥雰囲気を保ちながら陰極 5 を成膜した ITO 基板 1, 2 を取り出し、露点 -60°C 以上の乾燥雰囲気を保ったグローブボックスに移動する。一方、ガラスや SUS 材等を用いてカップ状に形成したキャップ 6 の底面縁に UV 硬化樹脂 8 を塗布してグローブボックス内に置いておく。そして、グローブボックス中で発光層 4 及び正孔輸送層 3 が覆われるようにキャップ 6 を設置して、その雰囲気を保ったまま UV 硬化樹脂 8 に UV 光を所定の時間照射し、硬化させることにより封止を行う。また、キャップ 6 の天面 6 a の内側に吸湿剤 7 として酸化バリウムや酸化カルシウムを封入しておけばキャップ 6 の内部を吸湿することができる。

【0036】

上記のように本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法を用いて作製した有機 EL 素子 10 C は、電圧 3 V 付近から発光し始め、最高で 50000 cd/m^2 程度の輝度を示し、発光効率は 31 cd/A を示した。 100 cd/m^2 で発光を開始して輝度が半減する時間（輝度半減寿命）は 10000

時間位であった。

【0037】

この結果から、陰極 5 として、仕事関数が極めて小さい Cs 5 D を用いても、Cs 5 D の酸化が発生せずに信頼性を確保でき、且つ、発光層 4 の発光開始電圧を低く設定できると共に、発光層 4 の発光効率が高く良好であり、しかも有機 EL 素子 10 C の製造時の生産性を向上させることができる。

【0038】

次に、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法を用いて作製した有機 EL 素子 10 C に対して比較するための比較例として、従来例 1, 2 の有機 EL 素子 10 A, 10 B を作製した。

【0039】

尚、従来例 1, 2 の有機 EL 素子 10 A, 10 B において、ITO 基板 1, 2 上に正孔輸送層 3, 発光層 4 を順に成膜するまでの工程と、陰極 5 を成膜した後にキャップ 6 を用いて封止する工程は、上記した本発明により作製した有機 EL 素子 10 C と同じように行っているため、ここでは有機 EL 素子 10 A, 10 B への陰極 5 の成膜だけについて先の図 1, 図 2 を再び用いて説明する。

【0040】

まず、図 1 に示した従来例 1 の有機 EL 素子 10 A の場合には、抵抗加熱真空蒸着法にて陰極 5 を成膜するために、発光層 4 まで成膜した ITO 基板 1, 2 を不図示の真空蒸着機内の所定の位置に載置し、且つ、Ca や Mg 等のアルカリ土類金属 5 A を有するアルカリ土類金属蒸着源と、Al 又は Ag 等の低抵抗金属 5 B を有する低抵抗金属蒸着源とをそれぞれ取り付け、真空蒸着機内の真空度を 10^{-4} Pa 以上の値で真空にする。これらのアルカリ土類金属蒸着源、低抵抗金属蒸着源は先に図 4 で示したルツボ 11 内又は図 5 で示したボート 14 内にアルカリ土類金属 5 A, 低抵抗金属 5 B をそれぞれ溶解させておけば良い。

【0041】

ここで、アルカリ土類金属蒸着源を通電後、アルカリ土類金属 5 A は不図示の膜厚センサでモニタリングしている成膜レートが $1.0 \text{ nm/sec} \sim 2.0 \text{ nm/sec}$ の範囲で $10 \sim 50 \text{ nm}$ の膜厚で発光層 4 上に成膜する。その後、真

空蒸着機内の真空度を 10^{-4} Pa 以上に保ったまま、Al 又は Ag 等の低抵抗金属 5B が入ったルツボ 11 (図 4) 又はボート 15 (図 5) を通電し、不図示の膜厚センサでモニタリングしている成膜レートが $0.1 \text{ nm/sec} \sim 1 \text{ nm/sec}$ の範囲で低抵抗金属 5B を $200 \text{ nm} \sim 300 \text{ nm}$ 程度の膜厚でアルカリ土類金属 5A 上に成膜する。この範囲内では特性に影響はなかった。低抵抗金属 5B の膜厚が 200 nm 以下では輝度半減寿命が短くなった。この低抵抗金属 5B による膜は先に成膜したアルカリ土類金属 5A の酸化を防ぐ機能と、電気抵抗を低下する機能とを備えている。

【0042】

従って、Al 又は Ag 以外も安定し電気抵抗が低ければ良い。最後に封止を行って得た従来例 1 の有機 EL 素子 10A は、電圧 4 V 付近から発光し始め、最高で 30000 Cd/m^2 程度の輝度を示し、発光効率は 24 cd/A を示した。輝度半減寿命は 1000 時間位であった。

【0043】

上記した従来例 1 の有機 EL 素子 10A では、陰極 5 として仕事関数が小さな Ca や Mg 等のアルカリ土類金属 5A を用いているものの、このアルカリ土類金属 5A は本発明により作製した有機 EL 素子 10C で用いた Cs 5D (図 3) より電子注入性能が劣るために、上記の各データ値から発光層 4 の発光開始電圧及び発光高率などが本発明により作製した有機 EL 素子 10C よりも劣ることが判明した。

【0044】

次に、図 2 に示した従来例 2 の有機 EL 素子 10B の場合にも、抵抗加熱真空蒸着法にて陰極 5 を成膜するために、発光層 4 まで成膜した ITO 基板 1, 2 を不図示の真空蒸着機内の所定の位置に載置し、且つ、Ca や Mg 等のアルカリ土類金属 5A を有するアルカリ土類金属蒸着源又は Li や Cs 等のアルカリ金属 5C を有するアルカリ金属蒸着源と、Al 又は Ag 等の低抵抗金属 5B を有する低抵抗金属蒸着源とをそれぞれ取り付け、真空蒸着機内の真空度を 10^{-4} Pa 以上の値で真空にする。これらのアルカリ土類金属蒸着源、低抵抗金属蒸着源は先に図 4 で示したルツボ 11 内又は図 5 で示したボート 14 内にアルカリ土類金属

5 A, 低抵抗金属 5 B をそれぞれ溶融させておけば良い。また、Cs などのアルカリ金属蒸着源は先に図 6 で示したディスペンサーを用いれば良い。

【0045】

ここで、アルカリ土類金属蒸着源又はアルカリ金属蒸着源と、低抵抗金属蒸着源とを同時に通電後、アルカリ土類金属 5 A 又はアルカリ金属 5 C と、低抵抗金属 5 B は、それぞれ不図示の膜厚センサでモニタリングしている成膜レートが $0.5 \text{ nm/sec} \sim 2.0 \text{ nm/sec}$ 範囲で 1:9 ~ 9:1 の所定の比率を保ちながら成膜した。蒸着中、残っているそれぞれの蒸着材料の量、残っている蒸着材料の残り方が常に変化したため、それらに応じてそれぞれの蒸着源の通電量を変化させて成膜レートを一定に制御しなくてはならず、作業は困難であった。材料比率は材料により異なり、例えば Cs : Ag であれば 1:1 が好適であった。最後に封止を行った。

【0046】

例えば Cs と Ag を用いた従来例 2 の有機 EL 素子 10 B では、電圧 3 V 付近から発光し始め、最高で 50000 cd/m^2 程度の輝度を示し、発光効率は 31 cd/A を示した。輝度半減寿命は 10000 時間位であった。

【0047】

上記した従来例 2 の有機 EL 素子 10 B では、例えば Cs と Ag とを共蒸着させているので本発明により作製した有機 EL 素子 10 C と略同等の性能が得られるものの、例えば Cs と Ag の 2 種類の金属を一定の比率保つようにコントロールしながら共蒸着させることが非常に困難で、歩留まりに悪影響を及ぼすと共に、従来例 2 の有機 EL 素子 10 B への生産性を上げることができないことが判明した。

【0048】

【発明の効果】

以上詳述した本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法によると、基板上に少なくとも陽極と、発光層と、陰極とを順次成膜した有機エレクトロルミネッセンス素子を製造する際に、前記陰極は、Cs (セシウム) を膜付けた後に低抵抗金属を成膜して、前記 Cs を前記低抵抗金属中に拡散させたた

め、仕事関数が極めて小さいCsを用いても、Csの酸化が発生せずに信頼性を確保でき、且つ、発光層の発光開始電圧を低く設定できると共に、発光層の発光効率が高く良好であり、しかも有機EL素子の製造時の生産性を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

従来例1の有機エレクトロルミネッセンス素子を説明するために模式的に示した断面図である。

【図2】

従来例2の有機エレクトロルミネッセンス素子を説明するために模式的に示した断面図である。

【図3】

本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法を用いて作製した有機エレクトロルミネッセンス素子を説明するために模式的に示した断面図である。

【図4】

有機エレクトロルミネッセンス素子を作製する時に用いられるルツボを示した斜視図である。

【図5】

有機エレクトロルミネッセンス素子を作製する時に用いられるボートを示した斜視図である。

【図6】

有機エレクトロルミネッセンス素子を作製する時に用いられるCsディスペンサーを示した斜視図である。

【符号の説明】

- 1…ガラス基板、2…陽極、3…正孔輸送層、4…発光層、5…陰極、
- 5A…CaやMg等のアルカリ土類金属、
- 5B…Al又はAg等の低抵抗金属、
- 5C…CsやLi等のアルカリ金属、

5 D...C s、

6...キャップ 6、6 a...天面、7...吸湿剤、8...UV 硬化樹脂、

1 0 A...従来例 1 の有機エレクトロルミネッセンス素子（有機 E L 素子）、

1 0 B...従来例 2 の有機エレクトロルミネッセンス素子（有機 E L 素子）、

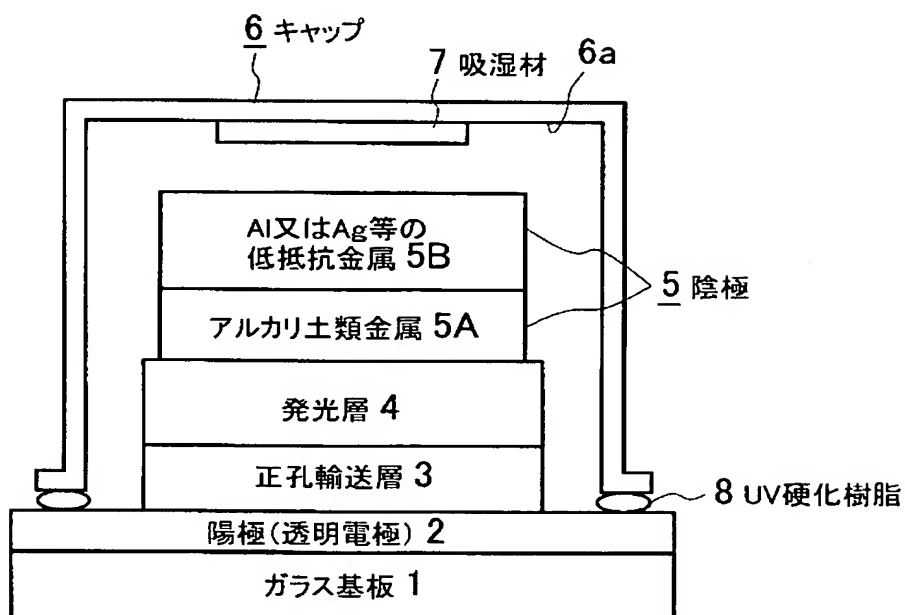
1 0 C...本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子（有機 E L 素子）、

1 4...ルツボ、1 5...ボート、1 6...C s ディスペンサー。

【書類名】 図面

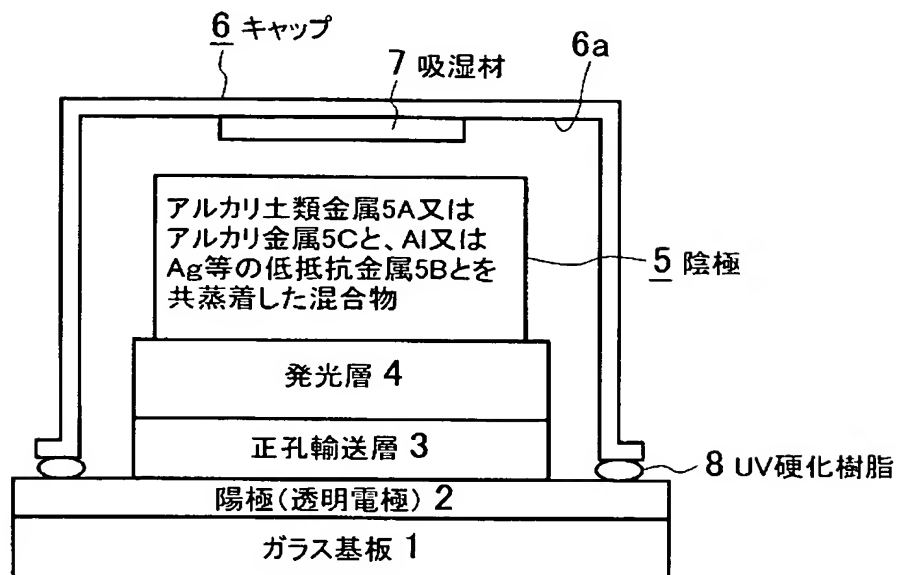
【図 1】

(従来例1)有機EL素子10A

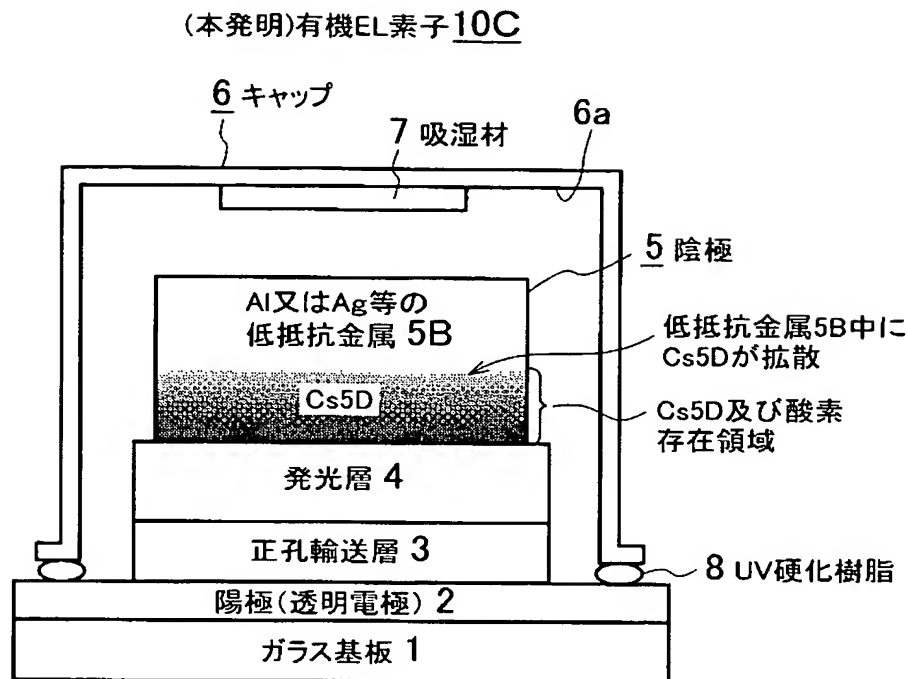


【図 2】

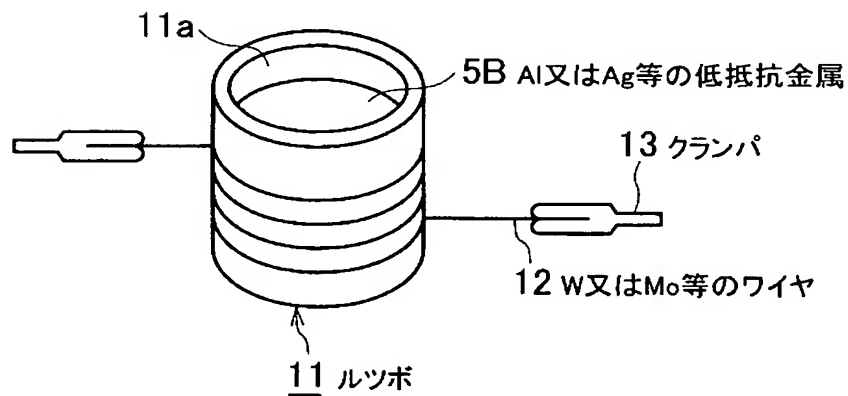
(従来例2)有機EL素子10B



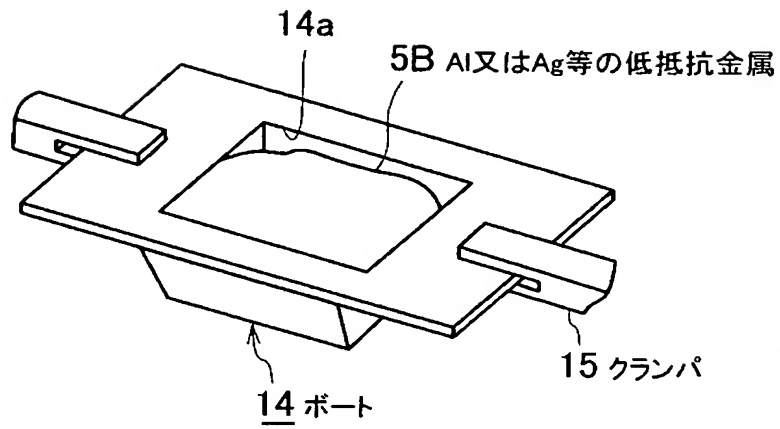
【図 3】



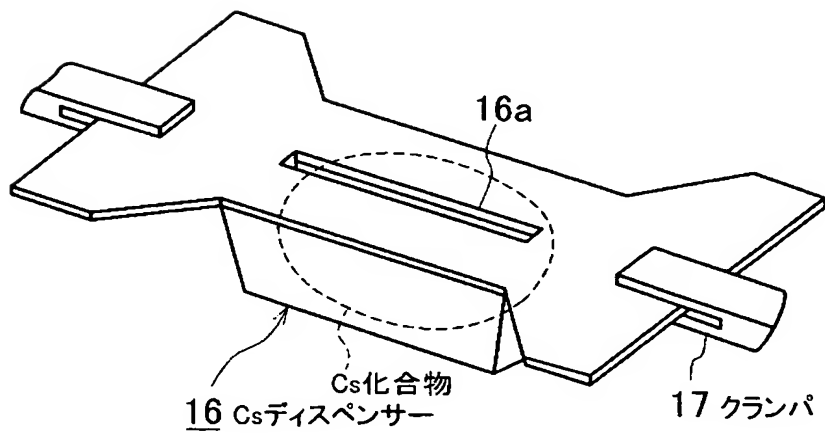
【図 4】



【図 5】



【図 6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 生産性が良く、且つ、発光効率が高い有機エレクトロルミネッセンス素子を作製する。

【解決手段】 基板 1 上に少なくとも陽極 2 と、発光層 4 と、陰極 5 とを順次成膜した有機エレクトロルミネッセンス素子 1 C を製造する際に、陰極 5 は、Cs（セシウム）5 D を膜付けした後に Al 又は Ag 等の低抵抗金属 5 B を成膜して、Cs 5 D を低抵抗金属 5 B 中に拡散させたことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子 1 0 C を提供する。

【選択図】 図 3

特願 2 0 0 3 - 1 2 2 4 7 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 4 3 2 9]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

神奈川県横浜市神奈川区守屋町 3 丁目 1 2 番地

氏 名

日本ビクター株式会社